

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ
РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ
(РОСТЕХРЕГУЛИРОВАНИЕ)**

**ФГУП “РОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ЦЕНТР
ИНФОРМАЦИИ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И ОЦЕНКЕ
СООТВЕТСТВИЯ”**

(ФГУП “СТАНДАРТИНФОРМ”)

Рег. №

Группа МКС

**КАЧЕСТВО ВОДЫ. ОТБОР ПРОБ. ЧАСТЬ 3. РУКОВОДСТВО ПО
ХРАНЕНИЮ И ОБРАЩЕНИЮ С ПРОБАМИ**

**WATER QUALITY. SAMPLING. PART 3: GUIDANCE ON THE
PRESERVATION AND HANDLING OF WATER SAMPLES**

Страна, № стандарта

Перевод аутентичен оригиналу

ISO 5667-3: 2003

Переводчик:

Редактор:

Кол-во стр.: 49

Кол-во рис.: -

Кол-во табл.: -

Перевод выполнен:

Редактирование выполнено:

**Москва
2006**

**МЕЖДУНАРОДНЫЙ
СТАНДАРТ**

ISO

5667-3

Первое издание

2003-12-15

**Качество воды. Отбор проб. Часть 3. Руководство по
хранению и обращению с пробами**

**Water quality. Sampling. Part 3: guidance on the
preservation and handling of water samples**

ЗАРЕГИСТРИРОВАНО

**Федеральное агентство по
техническому регулированию и
метрологии**

ФГУП “СТАНДАРТИНФОРМ”

Номер регистрации: **2463/ISO**

Дата регистрации: **31.07.2006**



Номер ссылки

ISO 5667: 2003

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) представляет собой объединение национальных организаций по стандартизации (комитеты — члены ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член может принимать участие в работе любого технического комитета по интересующему его вопросу. Правительственные и неправительственные международные организации, сотрудничающие с ISO, также принимают участие в этой работе. ISO осуществляет тесное сотрудничество с международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Проекты международных стандартов разрабатываются согласно правилам, приведённым в Директивах ISO/IEC, часть 2.

Основной задачей технических комитетов является подготовка международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Для публикации в качестве международного стандарта требуется одобрение не менее 75% комитетов-членов, принявших участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что, возможно, некоторые элементы настоящего документа могут быть объектом патентных прав. ISO не несет ответственности за определение некоторых или всех таких патентных прав.

Международный стандарт ISO 5667-10 разработан Техническим комитетом ISO/TC 147 «*Качество воды*» Подкомитетом SC 6 «*Отбор проб (общие методы)*».

Данное третье издание отменяет и заменяет второе издание (ISO 5667-3:1994), которое было технически пересмотрено.

Международный стандарт ISO 5667 состоит из следующих частей, под общим названием «*Качество воды. Отбор проб*»:

- - Часть 1: *Руководство по составлению программ отбора проб*
- - Часть 2: *Руководство по методам отбора проб*

- - Часть 3: *Руководство по хранению и обращению с пробами*
- - Часть 4: *Руководство по отбору проб из естественных и искусственных озер*
- - Часть 5: *Руководство по отбору проб питьевой воды и воды, применяемой при изготовлении пищевых продуктов и напитков*
- - Часть 6: *Руководство по отбору проб из рек и ручьев*
- - Часть 7: *Руководство по отбору проб воды и пара из котельных установок*
- - Часть 8: *Руководство по отбору проб влажных осадений*
- - Часть 9: *Руководство по отбору проб морской воды*
- - Часть 10: *Руководство по отбору проб из сточных вод*
- - Часть 11: *Руководство по отбору проб из грунтовых вод*
- - Часть 12: *Руководство по отбору проб из донных отложений*
- - Часть 13: *Рекомендации по отбору проб шлама сточных вод и на сооружениях водоочистки*
- - Часть 14: *Руководство по обеспечению качества при отборе проб природных вод и обращение с ними*
- - Часть 15: *Руководство по хранению и обработке проб и осадка*
- - Часть 16: *Руководство по биотестированию проб*
- - Часть 17: *Руководство по отбору проб из взвешенных наносов*
- - Часть 18: *Руководство по отбору проб подземных вод на загрязненных участках*
- - Часть 19: *Руководство по отбору проб в морских отложениях*

Содержание	Стр.
Предисловие	ii
Введение	v
1 Область применения	1
2 Нормативные документы	1
3 Консервация проб	2
4 Рекомендации	15
5 Идентификация проб	16
6 Транспортировка проб	17
7 Приемка проб	17
Приложение А (информационное) Исследование продолжительных времен хранения (Голландия)	38
Библиография	49

Введение

Содержание данной части международного стандарта ISO 5667 необходимо рассматривать совместно с международными стандартами ISO 5657-1 и ISO 5667-2, касающимися составлению программ отбора проб и методов отбора проб соответственно.

Качество воды. Отбор проб. Часть 3. Руководство по хранению и обращению с пробами

1 Область применения

В настоящей части международного стандарта ISO 5667 содержатся общие указания по мерам предосторожности, которые следует соблюдать при хранении и транспортировке всех проб воды, включая пробы для биологического анализа, но, не включая пробы, предназначенные для микробиологического анализа.

Эти указания особенно целесообразны, когда локальные или усредненные пробы не могут быть проанализированы на месте и должны быть доставлены в лабораторию для анализа.

2 Нормативные документы

Следующие справочные документы необходимы для применения данного документа. Для ссылок с датами применимо только указанное издание. Для ссылок без дат применимо последнее издание справочного документа (включая любые поправки).

ISO 3696:1987 *Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний*

ISO 5667-1:1980 *Качество воды. Отбор проб. Часть 1: Руководство по составлению программ отбора проб*

ISO 5667-2:1991 *Качество воды. Отбор проб. Часть 2: Руководство по методам отбора проб*

ISO 5667-14:1998 *Качество воды. Отбор проб. Часть 14: Руководство по обеспечению качества при отборе проб природных вод и обращение с ними*

ISO 5667-16:1998 *Качество воды. Отбор проб. Часть 16: Руководство по биотестированию проб*

ISO Guide 34:2000 *Общие требования к компетентности изготовителей стандартных образцов*

3 Консервация проб

3.1 Общие положения

Состав воды, особенно пресных, сточных и грунтовых вод, может меняться в результате физических, химических или биологических процессов, происходящих во время между отбором проб и проведением анализа. Природа и скорость этих процессов часто такова, что, если не принять мер предосторожности во время отбора проб, их транспортировки и хранения (для конкретных определяемых составляющих), определенная при анализе концентрация будет отличаться от той, которая была при отборе пробы.

Степень этих изменений зависит от химической и биологической природы пробы, ее температуры, воздействия на нее света, материала контейнера, в который она помещена, времени, прошедшего от момента отбора до анализа, и условий, в которых проба находилась, например, от встряхивания при транспортировке. Другие причины, которые могут вызвать изменения состава:

- a) Наличие бактерий, водорослей и других организмов, которые могут потреблять определенные составляющие пробы. Эти организмы могут также изменять характер компонентов с образованием новых веществ. Такая биологическая активность влияет, например, на концентрацию растворенного кислорода, диоксида углерода и соединений азота, фосфора и иногда кремния.
- b) Некоторые соединения могут окисляться растворенным кислородом, присутствующим в пробах, или атмосферным кислородом (например, органические вещества, Fe (II) и сульфиды).
- c) Некоторые соединения могут осаждаться из раствора [например, карбонат кальция, металлы и их соединения, такие как $Al(OH)_3$] или теряться

вследствие перехода в газовую фазу (например, кислород, цианиды и ртуть).

- d) Могут измениться pH и электропроводность, а также содержание растворенного диоксида углерода за счет абсорбции этого вещества из воздуха.
- e) Растворенные металлы или металлы в коллоидном состоянии, а также некоторые органические вещества могут необратимо адсорбироваться на поверхности контейнеров или твердых компонентов проб.
- f) Возможна деполимеризация полимерных продуктов и наоборот, полимеризация простых веществ.

Изменение конкретных компонентов может происходить в различной степени и с различной скоростью, в зависимости как от типа воды, так и, для воды одного и того же типа, от сезонных условий.

Следует отметить, что эти изменения часто происходят достаточно быстро, так что состав пробы за короткое время значительно изменяется. Во всех случаях важно принять меры, чтобы свести к минимуму протекание таких реакций и, в случае нескольких определяемых составляющих, выполнить анализ пробы с минимальной задержкой.

Консервация проб воды необходима по ряду причин, поэтому обычно бывает необходимо из различных методов консервации необходимо выбрать метод, при котором не происходит загрязнение пробы.

Пресная вода и грунтовая вода могут храниться более успешно. Для хранения проб питьевой воды проблемы могут быть решены охлаждением, так как такая вода в меньшей степени подвержена изменениям в результате химических и биологических процессов.

В большинстве случаев, если анализ пробы выполняется в течение 24 ч, достаточно в качестве консервации использовать охлаждение до 1 – 5°C. Консервация проб сточных вод городских или промышленных водоочистных станций должна выполняться сразу же после отбора из-за их высокой

биологической активности.

В данной части международного стандарта ISO 5667 описаны наиболее часто используемые методы консервации и продолжительность хранения.

Несмотря на то, что были проведены исследования [4] с целью рекомендации методик, позволяющих хранить пробы воды без изменения их состава, не существует общих инструкций, применимых ко всем ситуациям. Аналитикам, использующим методы исследований и аналитические методики, описанные в международных стандартах, подготовленных Техническим комитетом ISO/TC 147, рекомендуется учесть все относящиеся к делу указания, содержащиеся в данной части стандарта ISO 5667, при принятии решения относительно консервации и обращения с пробами для этих методов и методик.

3.2 Меры предосторожности

3.2.1 Выбор контейнера

Выбор контейнера для проб весьма важен. Некоторые сведения относительно выбора контейнера содержатся в международном стандарте ISO 5667-2. Сведения о типе используемого для сбора и хранения проб контейнера приведены в табл. 1-4. При выборе материала прокладки в колпачке контейнера следует руководствоваться теми же соображениями, что и при выборе материала контейнера. Содержащиеся здесь инструкции предназначены для помощи в выборе контейнеров для обычного использования.

Выбор контейнеров для сбора и хранения проб следует выполнять с учетом следующих основных критериев (особенно если определяемые вещества находятся в следовых количествах).

- a) Минимизация загрязнения пробы материалом контейнера или крышки, например, путем выщелачивания неорганических веществ из стекла (особенно натриевого стекла) и органических веществ и металлов из пластиковых контейнеров. Некоторые окрашенные крышки могут содержать значительное количество тяжелых металлов.
- b) Возможность очистки и обработки стенок контейнера для снижения

уровня загрязнения поверхности компонентами, находящимися в следовых количествах, например тяжелыми металлами или радионуклидами.

- c) Химическая и биологическая инертность материала контейнера или крышки для исключения или минимизации реакции между компонентами пробы и контейнером.
- d) Контакт с контейнером может также привести к снижению концентрации компонентов из-за адсорбции или абсорбции определяемых веществ.

Особенно этому подвержены тяжелые металлы, хотя такое поведение возможно и для других веществ (например, для детергентов, пестицидов, фосфатов).

Необходимо получить рекомендации от персонала аналитической лаборатории по выбору контейнеров для проб и оборудования для отбора проб.

Также следует принять во внимание другие факторы, например устойчивость к экстремальным значениям температуры, стойкость к разрушению, легкость герметизации и открывания, размер, форма, масса, доступность, возможность очистки и повторного использования.

Всегда следует брать холостую пробу из контейнера, законсервировать и проанализировать в качестве проверки пригодности контейнера и процедур консервации (см. ISO 5667-14).

3.2.2 Подготовка контейнера

3.2.2.1 Общие положения

Правильность всех процедур подготовки должна быть подтверждена, чтобы гарантировать отсутствие положительного или отрицательного влияния. Как минимум, подтверждение правильности должно включать анализ:

- a) холостой (контрольной) пробы
- b) проб, содержащих известные количества определяемых веществ.

Если нельзя использовать одноразовые контейнеры, рекомендуется выделить набор контейнеров для конкретного определяемого компонента, тем самым

уменьшив риск перекрестного загрязнения. Необходимо позаботиться о том, чтобы в контейнере, содержащем пробу с высокой концентрацией определяемого вещества, впоследствии не оказалась проба с низкой концентрацией этого же вещества.

Возможно, потребуется промыть новые контейнеры раствором моющего средства, чтобы удалить пыль и остатки упаковочного материала, а затем тщательно промыть водой надлежащего качества. Использование моющих реагентов и растворителей может оказать мешающее влияние, например, вследствие загрязнения фосфатсодержащими моющими средствами при анализе питательных веществ. В случае использования моющих агентов и растворителей они должны быть соответствующего качества. При определении кремния, бора и ПАВ не следует использовать детергенты для очистки.

3.2.2.2 Пластиковые или стеклянные контейнеры, очищаемые с помощью детергентов

Необходимо использовать следующую процедуру:

- a) промыть контейнер и крышку разбавленным раствором детергента и водой;
- b) тщательно ополоснуть водопроводной водой;
- c) затем дважды ополоснуть водой надлежащего качества;
- d) полностью слить воду и закрыть крышку.

Для выполнения этой процедуры можно использовать автоматические посудомоечные машины.

3.2.2.3 Стеклянные контейнеры, очищаемые с помощью растворителей

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ. Органические растворители могут быть опасны. Обращаться с ними необходимо с осторожностью и работать в специальном помещении.

Необходимо использовать следующую процедуру:

- a) промыть контейнер и крышку разбавленным раствором детергента и водопроводной водой;

- b) тщательно ополоснуть водопроводной водой;
- c) затем дважды ополоснуть водой надлежащего качества и высушить;
- d) ополоснуть ацетоном соответствующего качества и слить его;
- e) ополоснуть подходящим растворителем надлежащего качества, высушить и сразу же закрыть крышкой.

Растворитель должен быть совместим с определяемыми веществами и используемым методом анализа.

3.2.2.4 Пластиковые или стеклянные контейнеры, очищаемые с помощью кислоты

Необходимо использовать следующую процедуру:

- a) промыть контейнер и крышку разбавленным раствором детергента и водопроводной водой;
- b) тщательно ополоснуть водопроводной водой;
- c) ополоснуть 10% водным раствором азотной кислоты;
- d) слить ее и доверху заполнить 10% водным раствором азотной кислоты;
- e) закрыть крышкой и оставить стоять не менее 24 ч;
- f) слить раствор кислоты из контейнера, ополоснуть водой соответствующего качества и сразу же закрыть крышкой.

Некоторые производители поставляют контейнеры с сертификатом чистоты. Такие контейнеры можно дополнительно не мыть при условии, что производитель предоставляет их с закрытыми крышками.

Для выполнения этой процедуры можно использовать автоматические устройства для мойки горячей кислотой.

3.2.3 Заполнение контейнера

Для проб, в которых необходимо определять физико-химические примеси, контейнер следует заполнить доверху и закрыть таким образом, чтобы над пробой не было воздуха. Таким образом, сокращается взаимодействие с газовой фазой и сводится к минимуму перемешивание пробы при транспортировке.

Если для консервации проб используется замораживание, контейнеры с

пробами должны заполняться не полностью (см. раздел 3.2.6).

3.2.4 Обращение с пробам и их консервация для биологических исследований

С пробам для биологических исследований необходимо обращаться не так, как с пробам, предназначенными для химического анализа.

Можно использовать добавление пробам для биологического исследования химических веществ для фиксации или для консервации пробы. Термин "фиксация" используется для описания защиты морфологических структур, в то время как термин "консервация" относится к защите органических веществ от биологического или химического разложения. Консерванты, по определению, токсичны и добавление консервантов может привести к гибели микроорганизмов. До гибели наиболее чувствительные организмы, не имеющие плотных клеточных стенок, в результате раздражения могут быть разрушены, прежде чем будет выполнена фиксация. Чтобы свести к минимуму этот эффект, важно, чтобы фиксирующий агент быстро проникал в клетку.

Некоторые консерванты, например кислотные растворы Люголя, могут привести к утрате некоторых таксономических групп организмов, что может быть проблемой в некоторые времена года в определенных регионах.

Эту проблему можно решить использованием добавления консерванта, например щелочных растворов Люголя, например в летний период, когда часто может наблюдаться присутствие жгутиковых.

Консервация проб для биологического исследования должна соответствовать следующим критериям.

- а) влияние консерванта на разрушение организмов должно быть известно заранее;
- б) консервант должен эффективно предотвращать биоразложение органического вещества, по крайней мере, в период хранения проб;
- с) консервант должен позволять адекватно исследовать таксономические группы организмов в течение времени хранения проб.

3.2.5 Обращение с пробами и их консервация для радиохимического анализа

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ. Меры предосторожности и экранирование зависят от активности пробы.

Имеется некоторое различие в обращении с пробами для радиохимического и для физико-химического анализа. Меры предосторожности зависят от характера радиоактивности пробы. Методы консервации для этих проб зависят от типа источника излучения и периода полураспада определяемого радионуклида.

3.2.6 Охлаждение или замораживание проб

Охлаждение или замораживание проб эффективно, только если эта процедура применяется сразу после отбора проб. Это требует наличия холодильника на месте отбора проб. Всякий раз, когда используется охлаждение до более низкой температуры, имеется в виду температура окружающей пробу среды, а не температура самой пробы.

Простого охлаждения пробы (с помощью тающего льда или в холодильнике при 1-5°C) и хранения ее в темноте в большинстве случаев достаточно для консервации пробы на время транспортировки в лабораторию. Охлаждение нельзя использовать в качестве средства консервации для длительного хранения, особенно в случае проб сточных вод (см. табл. 1). Пробы следует хранить при более низкой температуре, чем температура, при которой выполнялся их отбор и заполнение контейнеров.

Большие объемы теплой воды невозможно заметно охладить небольшим количеством льда. Если проба содержит определяемые компоненты, которые могут подвергаться биологическому воздействию, а консервация на месте отбора проб невозможна, пробу следует охладить сразу же после доставки в лабораторию. Это особенно важно, если транспортировка проб занимает несколько часов. Пробы должны быть проанализированы или охлаждены сразу же по поступлению в лабораторию. Во время транспортировки следует контролировать температуру охлаждающей системы.

В целом, при температуре ниже -20°C пробы могут храниться длительное

время. Если пробы будут замораживаться, необходимо использовать пластиковые контейнеры, заполненные не до конца. Это снижает вероятность повреждения контейнера. Для некоторых определяемых веществ, например компонентов пищевых продуктов, замораживание пробы является предпочтительным методом консервации. В таких случаях удовлетворительный результат дает процедура быстрого замораживания сухим льдом. Замораживание проб не рекомендуется, если необходимо определение содержания летучих компонентов в пробе или если пробы содержат клетки, бактерии или микроводоросли, которые при замораживании могут разрушиться и утратить клеточные составляющие. Тем не менее, необходимо контролировать замораживание и оттаивание, чтобы вернуть пробу в начальное равновесное состояние после оттаивания. В этом случае настоятельно рекомендуется использование пластиковых контейнеров (например, из поливинилхлорида или полиэтилена). Процедуры оттаивания проб см. в стандарте ISO 5667-16.

3.2.7 Фильтрация или центрифугирование проб

Взвешенные вещества, осадки, водоросли и другие микроорганизмы можно удалить или в момент отбора пробы, или сразу же после этого, путем фильтрации пробы через мембранный фильтр (бумажный, тефлоновый или стеклянный) или с помощью центрифугирования.

Фильтрация, конечно же, неприменима, если материал фильтра может удерживать один или несколько определяемых компонентов. Также важно, чтобы система с мембранным фильтром не вносила загрязнений и была тщательно вымыта перед использованием таким способом, который совместим с конечным методом анализа.

Также основанием для фильтрации пробы может служить необходимость разделения растворимых и нерастворимых форм определяемого вещества (например, растворимых и нерастворимых соединений металла).

Не рекомендуется использовать декантацию раствора вместо фильтрования.

Мембранные фильтры следует использовать с осторожностью, так как

многие соединения тяжелых металлов и органические вещества могут сорбироваться на поверхности фильтра, а растворимые вещества (например, ПАВ), содержащиеся в фильтре, могут вымываться в пробу.

3.2.8 Добавление консервантов

Некоторые физические и химические составляющие можно стабилизировать добавлением определенных химических соединений непосредственно в пробу после ее отбора или заранее, в пустой контейнер.

Конкретные реактивы, необходимые для консервации определенных компонентов (например, для определения кислорода, общего содержания цианидов и сульфидов), требуют консервации проб в месте отбора.

Важно, чтобы используемые консерванты не мешали анализу, при сомнениях необходимо провести испытание на их совместимость. При анализе и расчете результатов следует учитывать разведение пробы вследствие добавления консерванта. Желательно добавлять концентрированный раствор консерванта, чтобы использовать небольшой его объем. В большинстве случаев это позволяет пренебречь соответствующим разведением. Следует избегать использования консервантов в твердом состоянии, например, гидроксида натрия, так как их добавление может вызвать локальный разогрев, что плохо скажется на пробе.

То, что добавление таких агентов может изменить химическую или физическую природу компонентов, означает, что эти изменения несовместимы с последующим анализом. Например, при подкислении могут раствориться коллоидные составляющие или твердые вещества, поэтому подкисление следует использовать с осторожностью и только если целью анализа является определение растворенных компонентов.

Фильтрация пробы перед добавлением консерванта важно для растворенных ионов. Также необходимо принять меры, если анализ проводится с целью определения токсичности пробы для водных животных, так как некоторые компоненты, особенно соединения тяжелых металлов, в ионной форме более токсичны. Поэтому пробы необходимо возможно более быстро проанализировать.

Важно, чтобы был выполнен контрольный (холостой) опыт, особенно в случае определения следовых количеств элементов, чтобы учесть возможное внесение дополнительного количества определяемого вещества (например, с кислотой могут быть добавлены значительные количества мышьяка, свинца и ртути) в консервантом. В таких случаях необходимо оставить пробы консерванта, используемого для обработки воды, для проведения контрольных испытаний.

3.3 Реагенты

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ. Некоторые консерванты (например, кислоты, щелочи, формальдегид) следует использовать с осторожностью. Персонал, занятый отбором проб, должен быть предупрежден о потенциальных опасностях и о мерах предосторожности, которые необходимо соблюдать.

Ниже перечислены реагенты, которые используются для консервации проб и должны готовиться только в соответствии с требованиями для конкретных процедур отбора проб. Если иное не указано, должны использоваться реагенты класса "чистый для анализа", а вода должна, как минимум, соответствовать классу чистоты 2 по ISO 3696:1987. Кислоты, упоминаемые в этой части стандарта ISO 5667 – это промышленно выпускаемые "концентрированные" кислоты.

Все реагенты должны иметь ярлыки с указанием срока годности, по истечении которого их нельзя использовать. "Срок годности" – это период, в течение которого реагент пригоден к использованию при условии правильного хранения. Все реагенты, не полностью использованные до окончания срока годности, должны выбрасываться.

Периодически следует проверять дозаторы реагентов и выбрасывать все реагенты, дозаторы которых непригодны для использования.

В промежутке между выездами для отбора проб реагенты должны храниться в чистых закрытых шкафах, чтобы исключить загрязнение.

Важно, чтобы все пробы, для которых будет проводиться определение одних и тех же веществ, консервировались вместе.

Каждую пробу после добавления консерванта следует пометить, так как

обычно не бывает видимых признаков того, была ли проведена консервация, или нет.

3.3.1 Твердые вещества

3.3.1.1 Тиосульфат натрия, пентагидрат, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.

3.3.1.2 Аскорбиновая кислота, $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$.

3.3.1.3 Гидроксид натрия, NaOH .

3.3.1.4 Бихромат калия, $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$.

3.3.1.5 Сульфат меди, CuSO_4 .

3.3.1.6 Тетраборат натрия, $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$.

3.3.1.7 Гексаметиленetetрамин (гексамин, уротропин), $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_4$.

3.3.2 Растворы

3.3.2.1 Раствор ацетата цинка ($\rho = 0,10$ г/мл), $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_4\text{Zn}$.

3.3.2.2 Ортофосфорная кислота ($\rho = 1,7$ г/мл), H_3PO_4 .

3.3.2.3 Соляная кислота ($\rho = 1,16$ г/мл), HCl .

3.3.2.4 Азотная кислота ($\rho = 1,42$ г/мл), HNO_3 .

3.3.2.5 Серная кислота (8 моль/л), H_2SO_4 .

3.3.2.6 Раствор гидроксида натрия ($\rho = 0,40$ g/ml), NaOH .

3.3.2.7 Раствор формальдегида (объемная доля 37%) (формалин), CH_2O .

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ. Пары формальдегида опасны. Не храните большое количество проб в небольших рабочих помещениях.

3.3.2.8 Водный раствор динатриевой соли этилендиаминтетрауксусной кислоты (EDTA) ($\rho = 0,025$ г/мл), $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

3.3.2.9 Этанол (объемная доля 96%).

3.3.2.10 Щелочной раствор Люголя, с ацетатом натрия.

3.3.2.11 Кислый раствор Люголя, с уксусной кислотой.

3.4 Продолжительное хранение проб

Отсчет времени максимального рекомендованного периода консервации перед выполнением анализа начинается сразу же после отбора пробы.

Для определенных нормативных ситуаций существует требование

выдерживания проб в течение заданного периода времени. Независимо от аналитических условий это юридическое требование имеет преимущество перед инструкциями, содержащимися в данной части стандарта ISO 5667.

Когда пробы анализируются позже максимального рекомендованного времени консервации, важно, чтобы результаты сопровождались записью о том, что полученные в результате анализа концентрации могут не соответствовать тем, которые были в момент отбора пробы.

Кроме того, в отчете лаборатории по данным анализа, выполненного позже максимального рекомендованного срока консервации, важно указать, что было превышено максимальное рекомендуемое время консервации.

Продолжительное хранение проб можно использовать, чтобы продемонстрировать отсутствие разницы между результатами анализа, полученными после окончания времени продолжительного хранения, и результатами, полученными в течение времени хранения, рекомендованного в данной части стандарта ISO 5667. Процедуры, которые должны использоваться для установления гомогенности и стабильности, описаны в документе ISO Guide 34.

3.5 Общие указания

Запрещается курить рядом с пробами, также пробы не должны находиться рядом с любыми источниками выхлопов двигателя.

Открытые пробы не должны находиться (например, при фильтровании или добавлении консерванта) рядом с вентилятором или кондиционером воздуха, а также рядом с едой и напитками.

Многоразовое оборудование (например, совки для отбора проб) следует очищать и мыть между использованиями.

Внутренних поверхностей бутылок и крышек не следует касаться пальцами или другими предметами.

Пустые бутылки должны храниться и транспортироваться с плотно закрытыми крышками.

Рядом с бутылками не должно быть посторонних предметов. Если

необходимо выполнить измерение вне бутылки (например, измерение температуры или pH), для этой цели следует использовать специальный контейнер, а пробу, используемую для измерения, следует выбросить. Ни в коем случае нельзя после выполнения измерения возвращать пробу в контейнер, который затем будет передан в лабораторию для анализа.

Следует проверить пробы на наличие крупных частиц, таких как листья или щебень; если они имеются, пробу следует выбросить и взять новую.

Реагенты для консервации необходимо исследовать на загрязнения, которые иногда можно определить, например, по изменению цвета. Если имеется подозрение на загрязнение, реагент следует выбросить.

4 Рекомендации

Для проб, в которых будут определяться некоторые органические вещества, возможно, полезно будет провести экстракцию на месте отбора пробы. Также, когда это целесообразно, можно использовать процедуры адсорбции или сбора летучих веществ в свободном пространстве над пробой.

Как указывалось в п. 3.1, невозможно составить инструкции для времени хранения или видов контейнеров для проб для всех методов консервации. Эффективность процесса консервации зависит не только от определяемых компонентов и их концентрации, но также и от природы пробы. Во всех случаях важно, чтобы метод хранения был совместим с используемым методом анализа. Одна из задач таблиц 1-4 состоит в том, чтобы описать наиболее часто используемые методы консервации.

В таблице 2 приводятся дополнительные указания по наиболее подходящим методам консервации, используемым при определении нескольких компонентов. Однако неразумно и нелогично сочетать органические и неорганические определяемые вещества из-за различных способов определения этих веществ в лаборатории.

Биологические определяемые компоненты обычно многочисленны и иногда различны в различных биологических образцах. Поэтому невозможно составить полный контрольный список всех мер предосторожности, которые должны соблюдаться для консервации проб для биологического анализа. Таким образом, данные в таблице 3 относятся только к определенным обычно определяемым веществам для различных групп животных или растений.

Следует отметить, что перед проведением любого детального исследования важно выбрать интересующие вас определяемые вещества.

В таблице 4 перечислены методы, которые обычно используются для консервации радиоактивных проб.

Не должно быть статистически значимых расхождений между результатами анализа пробы сразу после ее отбора и после консервации. Правильность результатов должна быть проверена с учетом метода анализа и с использованием инструкций, содержащихся в данной части стандарта ISO 5667.

Объемы проб, перечисленные в табл. 1, соответствуют типичным объемам, необходимым для выполнения однократного измерения пробы. Если для конкретного определяемого компонента имеется несколько методов анализа, объемы пробы относятся к методу, для которого требуется максимальный объем. В некоторых случаях возможно использовать меньшие объемы, однако, это возможно только после консультации с сотрудниками лаборатории.

Если в пробе требуется определить несколько веществ, иногда бывает необходимо отобрать несколько подпроб, чтобы соблюсти требования к консервации. Важно соблюдать меры предосторожности, чтобы исключить перекрестное загрязнение, которое может произойти. Например, азотная кислота, используемая для консервации подпроб для определения металлов, будет загрязнять пробы для определения нитратов.

5 Идентификация проб

Контейнеры с пробами должны быть четко промаркированы, маркировка

должна быть стойкой.

Кроме того, может потребоваться записать во время отбора пробы сведения, которые помогут правильно интерпретировать предоставленную информацию (например, дату и время отбора пробы, фамилию лица, отбиравшего пробу, характер и количество добавленных консервантов). Использование заранее напечатанных ярлыков, форм и т.д. может облегчить практическое осуществление этих задач.

Особые пробы необычных материалов должны иметь четкую маркировку и сопровождаться описанием наблюдаемой аномалии. Важно, чтобы пробы, содержащие опасные или потенциально опасные вещества, например кислоты, также имели четкую маркировку.

6 Транспортировка проб

Контейнеры, содержащие пробы, должны быть закрыты и загерметизированы таким образом, чтобы пробы не испортились и не утратили ни одного из своих компонентов во время транспортировки. Упаковочные материалы должны защищать контейнеры от возможного загрязнения извне и поломки, особенно рядом с отверстием контейнера, и не должны быть источником загрязнения. Во время транспортировки пробы должны храниться в соответствии с инструкциями в табл. 1-4. В тех случаях, когда время хранения и транспортировки превышает максимальное рекомендованное время консервации до проведения анализа, независимо от того, будут ли пробы анализироваться, или нет, они должны быть проверены вместе с клиентом, и, если будет принято решение выполнять анализ, необходимо указать время, прошедшее от времени отбора пробы до проведения анализа.

7 Приемка проб

Персонал лаборатории должен определить, могут ли пробы при транспортировке подвергаться охлаждению, и если возможно, может ли

температура окружающей среды поддерживаться равной 1-5°C.

Во всех случаях, и особенно, когда необходимо создать цепь обеспечения сохранности проб, следует проверить соответствие числа полученных лабораторией контейнеров числу бутылок с пробами для каждой пробы.

Таблица 1. Методы, обычно использующиеся для консервации проб.**Физико-химический и химический анализ**

Определяемое вещество	Тип контейнера ^a	Типичный объем (мл) и метод заполнения ^b	Метод консервации	Максимальное рекомендуемое время хранения до анализа после консервации	Примечания
Кислотность и щелочность	П или С	500 Заполнить контейнер полностью, чтобы вытеснить воздух.	Охладить до 1-5°C	24 ч	14 дней ^c Предпочтительно выполнять анализ проб на месте отбора (особенно пробы с высоким содержанием растворенного газа). Восстановление и окисление во время хранения может изменить состав пробы.
Кислые гербициды	С тефлоновой прокладкой или вкладышем	1 000 Не следует предварительно ополаскивать пустой контейнер пробой, определяемые вещества удерживаются стенками контейнера. Не следует заполнять контейнер пробой полностью.	Подкислить до pH 1-2 с помощью HCl и охладить до 1-5°C.	2 недели	Экстракция пробы в контейнере как часть процедуры экстракции пробы. Если проба хлорированная, на каждые 1000 мл пробы добавить 80 мг Na ₂ S ₂ O ₃ ·5H ₂ O в контейнер перед отбором.
Адсорбируемые органические галогениды (АОХ)	П или С	1 000 Заполнить контейнер полностью, чтобы вытеснить воздух.	Подкислить до pH 1-2 с помощью HNO ₃ , охладить до 1-5°C и хранить в темноте.	5 дней	
	П	1000	Заморозить до -20°C.	1 месяц	
Алюминий	П, очищается кислотой С или БС, очищается кислотой	100	Подкислить до pH 1-2 с помощью HNO ₃	1 месяц	
Аммиак, свободный и ионизированный	П или С	500	Подкислить до pH 1-2 с помощью H ₂ SO ₄ и охладить до 1-5°C.	21 день	Профильтровать на месте отбора пробы перед консервацией
	П	500	Заморозить до -20°C.	1 месяц	

Таблица 1 (продолжение)

Определяемое вещество	Тип контейнера ^a	Типичный объем (мл) и метод заполнения ^b	Метод консервации	Максимальное рекомендуемое время хранения до анализа после консервации	Примечания
Анионы (Br, F, Cl, NO ₂ , NO ₃ , SO ₄ и PO ₄)	П или С	500	Охладить до 1-5°C	24 ч	Профильтровать на месте отбора пробы перед консервацией. См. также стандарт ISO 10304-1.
	П	500	Заморозит до -20°C	1 месяц	
Сурьма	П, очищается кислотой С, очищается кислотой	100	Подкислить до pH 1-2 с помощью HCl или HNO ₃	1 месяц	Следует использовать HCl, если для анализа используется метод генерации гидридов.
Мышьяк	П, очищается кислотой С, очищается кислотой	500	Подкислить до pH 1-2 с помощью HCl или HNO ₃	1 месяц	Следует использовать HCl, если для анализа используется метод генерации гидридов.
Барий	П, очищается кислотой, или БС, очищается кислотой	100	Подкислить до pH 1-2 с помощью HNO ₃	1 месяц	Не использовать H ₂ SO ₄
Бериллий	П, очищается кислотой, или С, очищается кислотой	100	Подкислить до pH 1-2 с помощью HNO ₃	1 месяц	
Биохимическое потребление кислорода (BOD)	П или С	1 000 Заполнить контейнер полностью, чтобы вытеснить воздух.	Охладить до 1-5°C	24 ч	Хранить пробы в темноте. В случае замораживания до -20°C: 6 месяцев (1 месяц, если <50 мг/л) ^c
	П	1 000	Заморозить до -20°C	1 месяц	
Бор	П	100 Заполнить контейнер полностью, чтобы вытеснить воздух.	Не требуется	1 месяц	6 месяцев ^c
Броматы	П или С	100	Охладить до 1-5°C	1 месяц	
Бромиды и соединения брома	П или С	100	Охладить до 1-5°C	1 месяц	
Остаточный бром	П или С	500	Охладить до 1-5°C	24 ч	Хранить пробы в темноте. Анализ должен выполняться на месте отбора проб, в течение 5 мин после отбора пробы.
Кадмий	П, очищается кислотой, или БС, очищается кислотой.	100	Подкислить до pH 1-2 с помощью HNO ₃	1 месяц	6 месяцев ^c

Таблица 1 (продолжение)

Определяемое вещество	Тип контейнера ^a	Типичный объем (мл) и метод заполнения ^b	Метод консервации	Максимальное рекомендуемое время хранения до анализа после консервации	Примечания
Кальций	П или С	100	Подкислить до pH 1-2 с помощью HNO ₃	1 месяц	
Пестициды на основе карбамата	С, очищается растворителем	1 000	Охлаждение до 1-5°C	14 дней	Если проба хлорированная, на каждые 1000 мл пробы добавить 80 мг Na ₂ S ₂ O ₃ ·5H ₂ O в контейнер перед анализом.
	П	1 000	Заморозить до -20°C.	1 месяц	
Диоксид углерода	П или С	500 Заполнить контейнер полностью, чтобы вытеснить воздух.	Охлаждение до 1-5°C	24 ч	Определение предпочтительнее выполнять на месте отбора пробы.
Общий органический углерод (ОУ)	П или С	100	Подкислить до pH 1-2 с помощью H ₂ SO ₄ и охладить до 1-5°C.	7 дней	Подкисление до pH 1-2 с помощью H ₃ PO ₄ .
	П	100	Заморозить до -20°C.	1 месяц	Если подозреваются присутствие летучих органических веществ, подкисление не используется. Анализ в течение 8 ч.
Химическое потребление кислорода (ХПК)	П или С	100	Подкислить до pH 1-2 с помощью H ₂ SO ₄	1 месяц	6 месяцев ^c
	П	100	Заморозить до -20°C.	1 месяц	6 месяцев ^c
Хлорамин	П или С	500		5 мин.	Хранить пробы в темноте. Анализ должен выполняться на месте отбора проб, в течение 5 мин. после отбора пробы.
Хлораты	П или С	500	Охлаждение до 1-5°C	7 дней	
Хлориды	П или С	100		1 месяц	

Таблица 1 (продолжение)

Определяемое вещество	Тип контейнера ^a	Типичный объем (мл) и метод заполнения ^b	Метод консервации	Максимальное рекомендуемое время хранения до анализа после консервации	Примечания
Хлорированные растворители	С, флаконы со свободным пространством над продуктом с тефлоновыми крышками	250 Заполнить контейнер полностью, чтобы вытеснить воздух.	Подкислить до pH 1-2 с помощью HCl.	24 ч	Если проба хлорированная, на каждые 250 мл пробы добавить 20 мг Na ₂ S ₂ O ₃ ·5H ₂ O в контейнер перед анализом. HCl мешает очистке и отфильтровыванию. См. конкретный стандарт по консервации.
			Охладить до 1-5°C	24 ч	
Диоксид хлора	П или С	500		5 мин.	Хранить пробы в темноте. Анализ должен выполняться на месте отбора проб, в течение 5 мин после отбора пробы.
Хлор, остаточный	П или С	500		5 мин.	Хранить пробы в темноте. Анализ должен выполняться на месте отбора проб, в течение 5 мин после отбора пробы.
Хлориты	П или С	500	Охладить до 1-5°C	5 мин.	Хранить пробы в темноте. Анализ должен выполняться на месте отбора проб, в течение 5 мин после отбора пробы.
Хлорофилл	П или С	1 000	Охладить до 1-5°C	24 ч	Транспортировать в бутылках из желтого стекла.
	П	1 000	После фильтрования и экстракции этанолом заморозить до -20°C.	1 месяц	
	П	1 000	После фильтрования заморозить до -80°C.	1 месяц	
Хром	П, очищается кислотой или С, очищается кислотой	100	Подкислить до pH 1-2 с помощью HNO ₃	1 месяц	6 месяцев ^c
Хром (VI)	П, очищается кислотой или С, очищается кислотой	100	Охладить до 1-5°C	24 ч	Восстановление и окисление во время хранения может изменить состав пробы.

Таблица 1 (продолжение)

Определяемое вещество	Тип контейнера ^a	Типичный объем (мл) и метод заполнения ^b	Метод консервации	Максимальное рекомендуемое	Примечания
-----------------------	-----------------------------	---	-------------------	----------------------------	------------

				время хранения до анализа после консервации	
Кобальт	П, очищается кислотой, или БС, очищается кислотой	100	Подкислить до pH 1-2 с помощью HNO ₃	1 месяц	6 месяцев ^c
Цвет	П или С	500	Охладить до 1-5 ⁰ С	5 дней	Хранить пробы в темноте. В случае подземных вод с большим содержанием железа (II) анализ следует выполнять на месте отбора проб, в течение 5 минут после отбора.
Проводимость	П или БС	100 Заполнить контейнер полностью, чтобы вытеснить воздух.	Охладить до 1-5 ⁰ С	24 ч	Анализ предпочтительнее выполнять на месте отбора пробы
Медь	П, очищается кислотой, или С, очищается кислотой	100	Подкислить до pH 1-2 с помощью HNO ₃	1 месяц	6 месяцев ^c
Цианид по диффузии при pH 6	П	500	Добавить NaOH до > pH 12. Охладить до 1-5 ⁰ С	24 ч	
Цианид, легко высвобождающийся	П	500	Добавить NaOH до > pH 12. Охладить до 1-5 ⁰ С	7 дней 24 ч, если присутствуют сульфиды	Хранить пробы в темноте.
Цианид, общий	П	500	Добавить NaOH до > pH 12. Охладить до 1-5 ⁰ С	7 дней 24 ч, если присутствуют сульфиды	14 дней ^c Хранить пробы в темноте.
Цианохлорид	П	500	Охладить до 1-5 ⁰ С	24 ч	
Моющие средства	См. "ПАВ"				
Растворенные твердые вещества (сухой остаток)	См. "Общее содержание твердых веществ (общий остаток)"				
Фториды	П, но не ПТФЭ	200		1 месяц	
Соединения тяжелых металлов (за исключением ртути)	П или БС	500	Подкислить до pH 1-2 с помощью HNO ₃	1 месяц	6 месяцев ^c
Гидразин	С	500	Подкислить с помощью HCl до 1 моль/л	24 ч	Хранить пробы в темноте.

Таблица 1 (продолжение)

Определяемое вещество	Тип контейнера ^a	Типичный объем (мл) и метод заполнения ^b	Метод консервации	Максимальное рекомендуемое время хранения до анализа после консервации	Примечания
Углеводороды	С, с использованием растворителя (напр., пентана) для экстракции	1 000 Не следует предварительно ополаскивать контейнер пробой, определяемые вещества удерживаются стенками контейнера. Не следует заполнять контейнер пробой полностью.	Подкислить до pH 1-2 с помощью H ₂ SO ₄ или HCl	1 месяц	Экстракция на месте отбора пробы, где это целесообразно
Гидрокарбонаты	См. "Кислотность и щелочность"				
Иодиды	С	500	Охладить до 1-5 ⁰ С	1 месяц	
Иод	С	500	Охладить до 1-5 ⁰ С	24 ч	Хранить пробы в темноте.
Железо (II)	П, очищается кислотой, или БС, очищается кислотой	100	Подкислить до pH 1-2 с помощью HCl в отсутствие атмосферного кислорода	7 дней	
Железо, общее	П, очищается кислотой, или БС, очищается кислотой	100	Подкислить до pH 1-2 с помощью HNO ₃	1 месяц	
Азот по Кьельдалю	П или БС	250	Подкислить до pH 1-2 с помощью H ₂ SO ₄	1 месяц	Хранить пробы в темноте. 6 месяцев для обоих методов ^c .
	П	250	Заморозить до -20 ⁰ С.	1 месяц	
Свинец	П, очищается кислотой, или БС, очищается кислотой	100	Подкислить до pH 1-2 с помощью HNO ₃	1 месяц	6 месяцев ^c
Литий	П	100	Подкислить до pH 1-2 с помощью HNO ₃	1 месяц	
Магний	П, очищается кислотой, или БС, очищается кислотой	100	Подкислить до pH 1-2 с помощью HNO ₃	1 месяц	
Марганец	П, очищается кислотой, или БС, очищается кислотой	100	Подкислить до pH 1-2 с помощью HNO ₃	1 месяц	

Таблица 1 (продолжение)

Определяемое вещество	Тип контейнера ^a	Типичный объем (мл) и метод заполнения ^b	Метод консервации	Максимальное рекомендуемое время хранения до анализа после консервации	Примечания
Ртуть	БС, очищается кислотой	500	Подкислить до pH 1-2 с помощью HNO ₃ и добавить K ₂ Cr ₂ O ₇ [0,05% от конечной массы].	1 месяц	Особое внимание следует уделить тому, чтобы проба не содержала загрязнений.
Моноциклические ароматические углеводороды	С, флаконы с тефлоновым вкладышем	500 Заполнить контейнер полностью, вытеснив воздух.	Подкислить до pH 1-2 с помощью H ₂ SO ₄	7 дней	Если проба хлорированная, на каждые 1000 мл пробы добавить 80 мг Na ₂ S ₂ O ₃ ·5H ₂ O в контейнер перед отбором пробы.
Никель	П, очищается кислотой, или БС, очищается кислотой	100	Подкислить до pH 1-2 с помощью HNO ₃	1 месяц	6 месяцев ^c
Нитраты	П или С	250	Охладить до 1-5°C	24 ч	
	П или С	250	Подкислить до pH 1-2 с помощью HCl.	7 дней	
	П	250	Заморозить до -20°C.	1 месяц	
Нитриты	П или С	200	Охладить до 1-5°C	24 ч	Анализ предпочтительнее выполнять на месте отбора пробы. 2 дня ^c
Общий азот	П или С	500	Подкислить до pH 1-2 с помощью H ₂ SO ₄ ^d	1 месяц	
	П	500	Заморозить до -20°C.	1 месяц	
Запах	С	500	Охладить до 1-5°C	6 ч	На месте отбора пробы можно провести количественный анализ.
Масла и смазки	С, очищается растворителем	1 000	Подкислить до pH 1-2 с помощью H ₂ SO ₄ или HCl.	1 месяц	
Хлорорганические соединения	См. "Адсорбируемые органические галогениды (АОХ)"				
Оловоорганические соединения	С	500	Охладить до 1-5°C	7 дней	Экстракцию пробы следует выполнять на месте отбора.

Таблица 1 (продолжение)

Определяемое вещество	Тип контейнера ^a	Типичный объем (мл) и метод заполнения ^b	Метод консервации	Максимальное рекомендуемое время хранения до анализа после консервации	Примечания
Ортофосфаты, растворенные	См. "Фосфор, растворенный"				
Ортофосфаты, общие	См. "Фосфор, общий"				
Кислород	П или С	300 Контейнер должен быть заполнен полностью.		4 дня	Зафиксировать кислород на месте отбора проб и хранить пробы в темноте. Также можно использовать электрохимический метод и проводить анализ на месте отбора.
Перманганатный индекс	С или П	500	Подкислить до pH 1-2 с помощью H ₂ SO ₄ , 8 моль/л	2 дня	Анализ должен быть выполнен как можно скорее.
	С или П	500	Охладить до 1-5 ⁰ С и хранить пробы в темноте.	2 дня	
	П	500	Заморозить до -20 ⁰ С.	1 месяц	
Пестициды, хлоро- и оловоорганические соединения, азотсодержащие органические соединения	С, очищается растворителем, с тефлоновым вкладышем в крышке Для глифосата использовать П	1 000 – 3 000 Не следует предварительно ополаскивать контейнер пробой, определяемые вещества удерживаются стенками контейнера. Не следует заполнять контейнер полностью.	Охладить до 1-5 ⁰ С	Срок хранения экстракта – 5 дней	Если проба хлорированная, на каждые 1000 мл пробы добавить 80 мг Na ₂ S ₂ O ₃ ·5H ₂ O в контейнер перед отбором пробы. Экстракция должна быть проведена в течение 24 ч после отбора пробы.
Нефть и нефтепродукты	См. "Углеводороды"				
pH	П или С Заполнить контейнер полностью, чтобы вытеснить воздух.	100	Охладить до 1-5 ⁰ С	6 ч	Возможно, измерение следует провести более быстро, предпочтительно – сразу же после отбора пробы.
Фенольный индекс	С	1 000	Исключить биохимическое окисление путем добавления CuSO ₄ и подкисления до pH < 4 с помощью H ₃ PO ₄	21 день	

Таблица 1 (продолжение)

Определяемое вещество	Тип контейнера ^a	Типичный объем (мл) и метод заполнения ^b	Метод консервации	Максимальное рекомендуемое время хранения до анализа после консервации	Примечания
Фенолы	BC, желтое, очищается растворителем, с тефлоновым вкладышем в крышке	1 000 Не следует предварительно ополаскивать контейнер пробой, определяемые вещества удерживаются стенками контейнера. Не следует заполнять контейнер пробой полностью.	Подкислить до pH < 4 с помощью H ₃ PO ₄ или H ₂ SO ₄	3 недели	Если проба хлорированная, на каждые 1000 мл пробы добавить 80 мг Na ₂ S ₂ O ₃ ·5H ₂ O в контейнер перед отбором пробы. Период экстракции для хлорфенолов – 2 дня.
Фосфор, растворенный	C, BC или П	250	Охладить до 1-5°C	1 месяц	Пробы следует профильтровать на месте отбора во время отбора. Перед проведением анализа необходимо удалить окислители путем добавления сульфата железа (II) или арсенита натрия.
	П	250	Заморозить до -20°C.	1 месяц	
Фосфор, общий	C, BC или П	250	Подкислить до pH 1-2 с помощью H ₂ SO ₄	1 месяц	См. "Фосфор, растворенный" 6 месяцев для обоих методов
	П	250	Заморозить до -20°C.	1 месяц	
Полихлорированные бифенилы (PCB)	C, очищается растворителем, с тефлоновым вкладышем в крышке	1 000 Не следует предварительно ополаскивать контейнер пробой, определяемые вещества удерживаются стенками контейнера. Не следует заполнять контейнер пробой полностью.	Охладить до 1-5°C	7 дней	Экстракция на месте отбора пробы, где это целесообразно. Если проба хлорированная, на каждые 1000 мл пробы добавить 80 мг Na ₂ S ₂ O ₃ ·5H ₂ O в контейнер перед отбором пробы.
Полициклические ароматические углеводороды (ПАУ)	C, очищается растворителем, с тефлоновым вкладышем в крышке	500	Охладить до 1-5°C	7 дней	Экстракция на месте отбора пробы, где это целесообразно. Если проба хлорированная, на каждые 1000 мл пробы добавить 80 мг Na ₂ S ₂ O ₃ ·5H ₂ O в контейнер перед отбором пробы.
Калий	П	100	Подкислить до pH 1-2 с помощью HNO ₃	1 месяц	

Таблица 1 (продолжение)

Определяемое вещество	Тип контейнера ^a	Типичный объем (мл) и метод заполнения ^b	Метод консервации	Максимальное рекомендуемое время хранения до анализа после консервации	Примечания
Соединения, которые можно выдувать из воды и улавливать	С, с тефлоновым вкладышем в крышке	100	Подкислить до pH 1-2 с помощью H ₂ SO ₄	7 дней	14 дней ^c Если проба хлорированная, на каждые 1000 мл пробы добавить 80 мг Na ₂ S ₂ O ₃ ·5H ₂ O в контейнер перед отбором пробы.
Селен	П, очищается кислотой, или С, очищается кислотой	500	Подкислить до pH 1-2 с помощью HNO ₃	1 месяц	
Силикаты, растворенные	П	200	Охладить до 1-5°C	1 месяц	Пробы следует профильтровать на месте отбора во время отбора.
Силикаты, общие	П	100	Охладить до 1-5°C	1 месяц	
Серебро	П, очищается кислотой, или С, очищается кислотой	100	Подкислить до pH 1-2 с помощью HNO ₃	1 месяц	
Натрий	П или С	100	Подкислить до pH 1-2 с помощью HNO ₃	1 месяц	
Твердые вещества, взвешенные	П или С	500	Охладить до 1-5°C	2 дня	
Сульфаты	П или С	200	Охладить до 1-5°C	1 месяц	
Сульфиды (легко высвобождающиеся)	П	500 Заполнить контейнер полностью, чтобы вытеснить воздух.	Охладить до 1-5°C	1 неделя	Выполнить фиксацию пробы сразу же на месте отбора, добавив 2 мл 10% (по массе) раствора ацетата цинка. Если проба хлорированная, на каждые 100 мл пробы добавить 80 мг аскорбиновой кислоты в контейнер перед анализом.
Сульфиты	П или С	500 Заполнить контейнер полностью, чтобы вытеснить воздух.		2 дня	Выполнить фиксацию пробы на месте отбора, добавив 1 мл 2,5% (по массе) раствора ЭДТА на 100 мл пробы.

Таблица 1 (продолжение)

Определяемое вещество	Тип контейнера ^a	Типичный объем (мл) и метод заполнения ^b	Метод консервации	Максимальное рекомендуемое время хранения до анализа после консервации	Примечания
ПАВ, анионные	С, ополаскивается метанолом	500	Подкислить до pH 1-2 с помощью H ₂ SO ₄ . Охладить до 1-5 ⁰ C.	2 дня	Стеклянную посуду не следует мыть моющими средствами. Можно объединить с неионными.
ПАВ, катионные	С, ополаскивается метанолом	500	Охладить до 1-5 ⁰ C	2 дня	Стеклянную посуду не следует мыть моющими средствами.
ПАВ, неионные	С	500 Контейнер должен быть заполнен полностью.	Добавить 37% (по объему) раствор формальдегида (см. ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ в конце таблицы), чтобы получить 1% раствор, охладить до 1-5 ⁰ C	1 месяц	Стеклянную посуду не следует мыть моющими средствами.
Олово	П, очищается кислотой, или БС, очищается кислотой	100	Подкислить до pH 1-2 с помощью HCl.	1 месяц	
Общая жесткость	См. "Кальций"				
Общие твердые вещества (общий осадок, сухой экстракт)	П или С	100	Охладить до 1-5 ⁰ C	24 ч	
Тригалогенметаны	С, флаконы с тефлоновым покрытием	100 Заполнить контейнер полностью, чтобы вытеснить воздух.	Охладить до 1-5 ⁰ C	14 дней	Если проба хлорированная, на каждые 100 мл пробы добавить 80мг Na ₂ S ₂ O ₃ ·5H ₂ O в контейнер перед отбором пробы.
Мутность	П или С	100	Охладить до 1-5 ⁰ C Хранить пробы в темноте.	24 ч	Предпочтительно выполняется на месте отбора проб.
Уран	П, очищается кислотой, или БС, очищается кислотой	200	Подкислить до pH 1-2 с помощью HNO ₃ .	1 месяц	
Ванадий	П, очищается кислотой, или БС, очищается кислотой	100	Подкислить до pH 1-2 с помощью HNO ₃ .	1 месяц	

Таблица 1 (продолжение)

Определяемое вещество	Тип контейнера ^a	Типичный объем (мл) и метод заполнения ^b	Метод консервации	Максимальное рекомендуемое время хранения до анализа после консервации	Примечания
Цинк	П, очищается кислотой, или БС, очищается кислотой	100	Подкислить до pH 1-2 с помощью HNO ₃	1 месяц	6 месяцев ^c

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ. Пары формальдегида опасны. Не храните большое количество проб в небольших рабочих помещениях.

- a П = пластиковый [например, полиэтилен, ПТФЭ (тефлон), ПВХ (поливинилхлорид), ПЭТ (полиэтилентерефталат)]
 С = стеклянный
 БС = из боросиликатного стекла
- b Объем указан для единичного измерения.
- c Утвержденное время продолжительного хранения
- d Не рекомендуется для одновременного проведения процедур окисления персульфатом и разложения.

Таблица 2. Методы консервации, используемые при определении нескольких компонентов

Метод консервации	Подходит для	Не подходит для
Подкисление до pH 1-2 с помощью HNO ₃	Щелочных металлов (калий, натрий) Щелочноземельных металлов (кальций, магний) Тяжелых металлов (за исключением ртути) Ртуты (с K ₂ Cr ₂ O ₇) Адсорбируемых органических галогенидов (АОХ) Алюминия, сурьмы, мышьяка, бария, бериллия, кальция, кадмия, хрома, кобальта, меди, железа (общего), свинца, лития, магния, марганца, никеля, селена, серебра, урана, ванадия, цинка Общей жесткости	Цианидов Сульфидов Карбонатов, бикарбонатов, диоксида углерода Нитритов Мыл и эфиров Гексаметилентетрамина Тиосульфата
Подкисление до pH 1-2 с помощью HCl	Кислых гербицидов Сурьмы Мышьяка Хлорированных растворителей Углеводородов Гидразина до 1 моль/л Железа (II) Нитратов Масел и смазки Нефти и нефтепродуктов Олова	Цианидов Серебра Таллия Свинца Всимула Ртуты (II)

Таблица 2. (продолжение)

Метод консервации	Подходит для	Не подходит для
Подкисление до pH < 4 с помощью H ₃ PO ₄	Фенолов	Цианидов
Подкисление до pH 1-2 с помощью H ₂ SO ₄	Адсорбируемых органических галогенидов (АОГ) Аммиака, свободного и ионизированного Общего органического углерода (ООУ) Химического потребления кислорода (ХПК) Углеводородов Азота по Кьельдалю Моноциклических ароматических углеводородов Общего азота Масел и смазки Ортофосфатов, общих Перманганатного индекса (8 моль/л) Нефти и нефтепродуктов Фенолов Фосфора, общего Соединений, которые можно выдувать из воды и улавливать ПАВ, анионных	Цианидов Бария Кальция Стронция Радия Свинца
Добавление щелочи (NaOH) до pH > 12	Цианидов общих и легко высвобождаемых	Большинства органических соединений Тяжелых металлов, особенно в состояниях с низшей валентностью Некоторых металлов, образующих растворимые анионы в высших валентных состояниях Аммиака/аммония Аминов и амидов Гидразина Гидроксиламина
Замораживание (-20°C)	Анионов Аммиака, свободного и ионизированного Нитратов Биохимического потребления кислорода (БПК) Пестицидов на основе карбамата Хлорофилла (требуется температура -80 °C) Химического потребления кислорода (ХПК) Азота по Кьельдалю Общего азота Общего органического углерода (ООУ) Ортофосфатов (общих и растворенных) Перманганатного индекса Фосфора (общего и растворенного) Биотестирования, испытаний на токсичность	Возможно осаждение (и полимеризация), что затруднит разделение. Напротив, некоторые пестициды деполаризуются. Пригодность метода необходимо проверить до использования данной процедуры.

Таблица 3. Методы, обычно использующиеся для консервации проб.

Биологический анализ

Определяемое вещество	Тип контейнера ^a	Метод консервации	Типичный объем (мл)	Максимальное рекомендуемое время хранения до анализа ^b	Примечания
Подсчет и идентификация					
Придонные макробеспозвоночные, крупные виды	П или С	Добавление этанола к пробе до концентрации не менее 70% (по объему).	1 000	1 год	Сначала следует декантировать воду в пробах, чтобы увеличить концентрацию консервантов.
	П или С	Добавить 37% раствор формальдегида (см. ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ в конце таблицы), нейтрализованный тетраборатом натрия или гексаметилентетрамином (100 г/л) до получения конечного раствора формальдегида с концентрацией 3,7% (соответствует разведению раствора формалина 1:10).	1 000	1 год (минимальное время хранения до анализа - 3 месяца)	
Придонные макробеспозвоночные, мелкие виды (например, эталонные сборы)	С	Перенести в консервирующий раствор, содержащий не менее 70% по объему этанола, 37% по объему формальдегида (см. ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ в конце таблицы) и глицерина (в соотношении 100:2:1 соответственно).	100	Неограниченно	Необходимо использовать специальные методы для групп беспозвоночных, которые могут быть повреждены при обычных методах консервации (например, платигельминты ^[6]).

Таблица 3. (продолжение)

Определяемое вещество	Тип контейнера ^a	Метод консервации	Типичный объем (мл)	Максимальное рекомендуемое время хранения до анализа ^b	Примечания
Водоросли	С или П с плотно закрывающейся крышкой	Добавление 0,5-1 части по объему (кислого или щелочного) раствора Люголя на 200 частей пробы. Охлаждение до 1-5°C	200	6 месяцев	Хранить пробы в темноте. Щелочной раствор Люголя обычно используется для пресной воды, а кислый – для морской воды с чувствительными жгутиковыми. Определение конкретных объектов см. в соответствующем стандарте. Добавление дополнительного количества раствора Люголя может потребоваться, если наблюдается происходит обесцвечивание.
Фитопланктон	С	См. "Водоросли"	200	6 месяцев	Хранить пробы в темноте.
Зоопланктон	П или С	Добавление 37% раствора формальдегида (см. ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ в конце таблицы), нейтрализованного боратом натрия до получения конечного раствора формальдегида с концентрацией 3,7% или добавление раствора Люголя как для водорослей.	200	1 год	Добавление дополнительного количества раствора Люголя может потребоваться, если происходит обесцвечивание.

Таблица 3. (продолжение)

Определяемое вещество	Тип контейнера ^a	Метод консервации	Типичный объем (мл)	Максимальное рекомендуемое время хранения до анализа ^b	Примечания
Живая и сухая масса					
Придонные макробеспозвоочные	П или С	Охлаждение до 1-5°C	1 000	24 ч	Не замораживать при -20 °C.
Макрофиты	П или С	Добавление 37% раствора формальдегида (см. ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ в конце таблицы), нейтрализованного тетраборатом натрия или гексметилентетрамином (100 г/л) до получения конечного раствора формальдегида с концентрацией 3,7% (соответствует разведению раствора формалина 1:10).	1 000	минимальное время хранения до анализа - 3 месяца	Анализ должен быть выполнен как можно скорее и не позднее, чем через 24 часа.
Водоросли					Обратите внимание, что определение живой и сухой (био)массы перифитона и фитопланктона обычно основано на измерении клеточного объема, выполняемого во время процедуры подсчета и идентификации из законсервированной пробы.
Фитопланктон					
Зоопланктон					
Рыба					
Масса золы					
Придонные макробеспозвоочные	П или С	Добавление 37% раствора формальдегида (см. ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ в конце таблицы), нейтрализованного тетраборатом натрия или гексметилентетрамином (100 г/л) до получения конечного раствора формальдегида с концентрацией 3,7% (соответствует разведению раствора формалина 1:10).	1 000	минимальное время хранения до анализа - 3 месяца	Обратите внимание, что определение живой и сухой (био)массы перифитона и фитопланктона обычно основано на измерении клеточного объема, выполняемого во время процедуры подсчета и идентификации из законсервированной пробы.
Макрофиты					
Водоросли					
Фитопланктон					

Таблица 3. (продолжение)

Определяемое вещество	Тип контейнера ^a	Метод консервации	Типичный объем (мл)	Максимальное рекомендуемое время хранения до анализа ^b	Примечания
Сухая масса и масса золы					
Зоопланктон		Заморозить до -20 °С.	200	6 месяцев	Проба фильтруется через предварительно взвешенный фильтр из стекловолокна и затем замораживается при -20°С.
Испытания на токсичность					
	П или С	Охладить до 1-5 ⁰ С	100	24 ч	Время хранения будет различным для разных методов анализа. См. также стандарт ISO 5667-16.
	П	Заморозить до -20 °С.	1 000	2 недели	
ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ. Пары формальдегида опасны. Не храните большое количество проб в небольших рабочих помещениях.					
a	П = пластиковый [например, полиэтилен, ПТФЭ (тефлон), ПВХ (поливинилхлорид), ПЭТ (полиэтилентерефталат)] С = стеклянный БС = из боросиликатного стекла				
b	Если время хранения не указано, обычно оно не имеет значения. Значение "1 месяц" соответствует консервации без особых осложнений.				

**Таблица 4. Методы, обычно использующиеся для консервации проб.
Радиохимический анализ**

Определяемое вещество	Тип контейнера ^a	Метод консервации	Типичный объем (мл)	Максимальное рекомендуемое время хранения до анализа ^b	Примечания
Альфа-активность	П	Подкисление до pH 1-2 с помощью HNO ₃	2 000	1 месяц	Не подкислять пробу, если перед проведением анализа она выпаривается. Хранить пробы в темноте.
		Охлаждение до 1-5 ⁰ C	2 000	1 месяц	
Бета-активность (за исключением радиоактивного иода)	П	Подкисление до pH 1-2 с помощью HNO ₃	2 000	1 месяц	Не подкислять пробу, если перед проведением анализа она выпаривается. Хранить пробы в темноте.
		Охлаждение до 1-5 ⁰ C	2 000	1 месяц	
Гамма-активность	П	Охлаждение до 1-5 ⁰ C	5 000	2 дня	
Радиоактивный иод	П	Охлаждение до 1-5 ⁰ C	3 000	2 дня	Добавить 2-4 мл раствора гипохлорита (10% масс.) на литр пробы, обеспечив избыток свободного хлора.
Изотопы радона Радий по росту концентрации радона	БС	Охлаждение до 1-5 ⁰ C	2 000	2 дня	Минимум 4 недели для роста концентрации дочерних изотопов радия
Радий другими методами	П	Подкисление до pH < 1 с помощью HNO ₃	2 000	2 месяца	Минимум 4 недели для роста концентрации дочерних изотопов радия
		Охлаждение до 1-5 ⁰ C	2 000	2 месяца	
Радиоактивный стронций	П	Охлаждение до 1-5 ⁰ C	1 000	1 месяц	Минимум 2 недели для роста концентрации иттрия-90.
Радиоактивный цезий	П	Охлаждение до 1-5 ⁰ C	5 000	2 дня	
Тритиевая вода	П	Охлаждение до 1-5 ⁰ C	250	2 месяца	Проба перегоняется перед проведением анализа.

Таблица 4. (продолжение)

Определяемое вещество	Тип контейнера ^a	Метод консервации	Типичный объем (мл)	Максимальное рекомендуемое время хранения до анализа ^b	Примечания
Уран	П	Подкисление до pH < 1 с помощью HNO ₃	2 000	1 месяц	
		Охлаждение до 1-5 ⁰ C	2 000	1 месяц	
Плутон	П	Подкисление до pH < 1 с помощью HNO ₃	2 000	1 месяц	
		Охлаждение до 1-5 ⁰ C	2 000	1 месяц	
ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ. Меры предосторожности и экранирование зависит от активности пробы.					
Следует исключить загрязнение пробы, особенно если активность пробы очень низкая. В некоторых местах отбора проб может наблюдаться заметная активность почвы, воздуха или воды, отличной от той, проба которой отбирается. В лабораториях, а также в некотором бытовом оборудовании могут находиться радиоактивные материалы.					
При отборе проб осадков любые специальные требования, перечисленные в данной таблице, являются дополнительными к требованиям стандарта ISO 5667-8. Так как сбор достаточного количества пробы может занять несколько дней, необходимо записать время и дату начала и окончания отбора пробы. Необходимо добавить запись сбора осадка для станции отбора проб для соответствующего периода. Возможно добавление стабилизатора или наполнителя, если это приемлемо для определяемых компонентов.					
ПРИМЕЧАНИЕ. В некоторых пластиковых контейнерах со временем происходит медленное концентрирование пробы за счет небольшой их проницаемости для воды.					
См. также примечания относительно радона.					
a	П = пластиковый [например, полиэтилен, ПТФЭ (тефлон), ПВХ (поливинилхлорид), ПЭТ (полиэтилентерефталат)] С = стеклянный БС = из боросиликатного стекла				

Приложение А

(информационное)

Исследование продолжительных времен хранения (Голландия)

А.1 Введение

Исследования по максимальным временам хранения, приведенным во втором издании международного стандарта ISO 5667-3 (ISO 5667-3:1994) проводились в Нидерландах в 1999 и 2000 гг.^[1]

Эта работа финансировалась фондом STOWA (голландский акроним Foundation of Applied Water Management Research for Wastewater Analysis) и министерством жилищного строительства, территориального планирования и окружающей среды Нидерландов (Netherlands Ministry of Housing, Spatial Planning and the Environment, VROM).

Данный проект относится к следующим определяемым компонентам.

Теоретическое исследование и лабораторное исследование

- ХПК;
- БПК;
- азот по Кьельдалю
- общие фосфаты
- тяжелые металлы (мышьяк, кадмий, хром, медь, свинец, никель, цинк и ртуть).

Только теоретическое исследование

- нитраты
- аммоний
- хлориды
- экстрагируемые хлороорганические соединения
- летучие хлороорганические соединения
- минеральные масла
- летучие ароматические соединения
- полициклические ароматические углеводороды
- хлороорганические пестициды и полихлорбензолы
- (хлорированные) фенолы
- азот- и фосфатсодержащие пестициды
- фенилмочевина
- хлорфеноксикарбоновые кислоты
- карбаматы
- фталаты
- масла и жиры
- хлорофилл/феофитин
- оловоорганические соединения

Теоретическое исследование состояло в поиске литературы, отправке запросов в лаборатории и изучении международных стандартов. В лабораторном

исследовании проводилась оценка методов консервации, описанных в международном стандарте ISO 5667-3:1994, особенно в части, касающейся максимального времени хранения.

А.2 Теоретическое исследование

В рамках области рассмотрения данного проекта в 25 региональных и общегосударственных лабораторий контроля качества воды и в коммерческие лаборатории были отправлены запросы относительно матриц, сточных и поверхностных вод, отложений и осадков сточных вод.

На основании 18 возвращенных форм запросов были сделаны следующие выводы:

- Использование методов консервации, упаковочных материалов и способов хранения проб воды в лабораториях Нидерландов соответствует стандарту ISO 5667-3:1994.
- Максимальные сроки хранения, указанные в стандарте ISO 5667-3:1994, не всегда соблюдаются, так как на практике анализ не всегда можно провести в течение максимального времени, указанного в стандарте ISO 5667-3:1994.
- Методы консервации, указанные в различных международных стандартах, идентичны, за исключением таковых для ртути (в части использования окисляющего агента) и, в меньшей степени, для общего содержания фосфатов. Имеются расхождения в значениях максимального времени хранения.
- Методы консервации, перечисленные в ISO 5667-3:1994 и стандартах США, можно найти в литературе. Существует принципиальная разница в подходах к методам консервации. В США консерванты добавляют к пробе в любом возможном случае, тогда как в стандарте ISO 5667-3:1994 рекомендуется охлаждение пробы, что дает в результате меньшие значения максимального времени хранения.
- Имеются достаточные научные обоснования для подтверждения

правильности методов консервации, перечисленных в стандарте ISO 5667-3:1994, за исключением некоторых значений максимального времени хранения.

- В Нидерландах разрешается использовать глубокое замораживание в качестве возможного метода консервации, это проверено в лабораторном исследовании.
- Для матриц отложений и осадков обычно для консервации применяется простое охлаждение.
- Для определения ХПК для консервации обычно применяется охлаждение в течение 24 часов, хотя во всех международных и европейских стандартах указывается, что анализ следует выполнять, возможно, более быстро.
- Имеются результаты проверки правильности некоторых методов консервации и максимального времени хранения. На основании этих результатов в некоторых случаях рекомендуется использовать альтернативные методы консервации, чтобы сделать возможным более длительное время хранения.

A.3 Лабораторное исследование

Исследование проводилось на 10 пробах воды, содержащих сточные и поверхностные воды. Работа включала определение содержания металлов, а именно мышьяка, кадмия, хрома, меди, никеля, цинка и ртути, и определение ХПК, БПК, азота по Кьельдалю и общих фосфатов. Для этих определяемых компонентов исследовались все методы консервации, перечисленные в стандарте ISO 5667-3, включая:

- добавление серной кислоты до $\text{pH} < 2$, охлаждение до $2-4^{\circ}\text{C}$, хранение в темноте: ХПК, азот по Кьельдалю и общие фосфаты;
- глубокое замораживание при 18°C : ХПК, БПК и азот по Кьельдалю;
- добавление азотной кислоты до $\text{pH} < 2$: тяжелые металлы и ртуть;

- добавление азотной кислоты до $\text{pH} < 2$, добавление $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (до конечной концентрации 0,05%): ртуть.

В нулевой день каждый определяемый компонент в каждой отдельной подпробе определялся 9 раз. Рассчитывалось среднее значение и стандартное отклонение. Сохраненные пробы анализировались в различное заранее заданное время вплоть до 224 дней. Через определенные промежутки времени подпробы анализировались дважды. Результаты исследований в каждом временном интервале сравнивались со средним значением и стандартным отклонением для нулевого дня. Окончанием срока хранения считалось время, когда средние результаты для сохраненных подпроб отличались от средних результатов нулевого дня больше чем на величину стандартного отклонения.

Как при глубоком замораживании, так и при подкислении наблюдалась флоккуляция частиц, а также адсорбция этих частиц на стенках контейнера. Возможно, этим эффектом определяется высокое значение стандартного отклонения аналитических результатов. Поэтому следует уделить дополнительное внимание отбору подпроб из сохраненных проб. Этот эффект имеет различную интенсивность в стеклянных и полипропиленовых контейнерах.

А.4 Выводы из исследования

На основании проведенного исследования сделаны следующие выводы:

- а) Методы консервации, определенные стандартом ISO 5667-3:1994 отвечают требованиям и обеспечивают более длительные времена хранения, чем указанные в этом стандарте.
- б) Методы, исследованные в данной работе, пригодны для консервации проб в течение всего времени хранения (224 дня) за исключением определения ХПК и азота по Кьельдалю, когда максимальное время хранения зависит от матрицы для проб с концентрацией азота < 8 мг/ и с ХПК < 50 мг/л.

- c) Для проб, содержащих частицы, используемые методы консервации могут дать расхождения в аналитических результатах. Это может быть обусловлено проблемами с отбором подпроб. Следовательно, отбор подпроб требует дополнительного внимания.
- d) Возможно, имеет смысл просмотреть инструкции, содержащиеся в данной части стандарта 5667.

Библиография

- [1] ISO 5667-3:1994, *Качество воды. Отбор проб. Часть 3: Руководство по хранению и обращению с пробами*
- [2] ISO 5667-8, *Качество воды. Отбор проб. Часть 8: Руководство по отбору проб влажных осадений*
- [3] ISO 10304-1, *Качество воды. Определение содержания растворенных ионов фторида, хлорида, нитрита, ортофосфата, бромиды, нитрата и сульфата методом жидкостной ионообменной хроматографии. Часть 1: Метод для воды с низким уровнем загрязнения.*
- [4] Проект ANVM 209 *Оценка методов консервации и максимальной продолжительности хранения проб воды.* Nederlands Normalisatie-instituut (NEN), Delft, The Netherlands, 2001
- [5] *Стандартные методы исследования сточных вод*, 20-е издание, 1060-1, Американская ассоциация общественного здравоохранения (American Public Health Association, APHA) — Американская ассоциация водопроводных сооружений (American Water Works Association, AWWA) — Американская федерация водной окружающей среды (American Water Environment Federation, AWEF), 1998
- [6] SCHWOERBEL, J. *Методы гидробиологии.* “Susswasserbiologie”, 3-е издание, Fischer Verlag, Stuttgart, 1980.